

9



19 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT

12 **Offenlegungsschrift**
10 **DE 101 20 801 A 1**

51 Int. Cl. 7:
B 01 J 19/00

21 Aktenzeichen: 101 20 801.4
22 Anmeldetag: 27. 4. 2001
43 Offenlegungstag: 7. 11. 2002

DE 101 20 801 A 1

71 Anmelder:
BASF AG, 67063 Ludwigshafen, DE

74 Vertreter:
Patent- und Rechtsanwälte Bardehle, Pagenberg,
Dost, Altenburg, Geissler, Isenbruck, 68165
Mannheim

72 Erfinder:
Benfer, Regina, Dr., 67122 Altrip, DE; Nilles,
Michael, Dr., 67240 Bobenheim-Roxheim, DE;
Weinle, Werner, 67159 Friedelsheim, DE; Zehner,
Peter, Dr., 67071 Ludwigshafen, DE

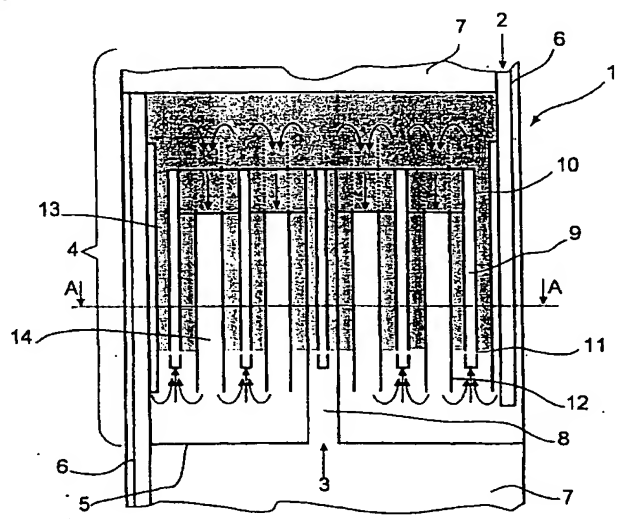
56 Entgegenhaltungen:
DE 19 59 454 A
DE 8 59 444 C
DE 6 00 442 C
EP 00 10 571 A1

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt
54 Reaktor für gas/flüssig oder gas/flüssig/fest-Reaktionen

57 Die Erfindung betrifft einen Reaktor (1) für gas/flüssig oder gas/flüssig/fest-Reaktionen mit vertikal ausgerichteter Längsachse, mit Zuführung (2) eines flüssigen oder flüssig/festen Eduktstroms im oberen Bereich des Reaktors und eines gasförmigen Stromes (3) im unteren Bereich des Reaktors (1) mit

- mindestens zwei, in Längsrichtung übereinander angeordnete Kammern (4), wobei
- die Kammern (4) voneinander durch flüssigkeitsdichte Böden getrennt sind,
- jede Kammer durch je einen Flüssigkeitsüberlauf (6) mit der unmittelbar darunterliegenden Kammer (4) verbunden ist und über den Flüssigkeitsüberlauf (6) der untersten Kammer (4) ein flüssiger Produktstrom abgezogen wird,
- der Gasraum (7) oberhalb des Flüssigkeitsspiegels in jeder Kammer (4) mit der jeweils unmittelbar darüber angeordneten Kammer (4) durch ein oder mehrere Leitrohre (8) verbunden ist, das (die) jeweils in einen Gasverteiler (9) mit Öffnungen für den Gasaustritt unterhalb des Flüssigkeitsspiegels mündet,
- sowie mit jeweils mindestens einem um jeden siphonartigen Gasverteiler (9) vertikal angeordneten Leitblech (12), dessen oberes Ende unterhalb des Flüssigkeitsspiegels und dessen unteres Ende oberhalb des flüssigkeitsdichten Bodens (5) der Kammer (4) endet und das jede Kammer (4) in einen oder mehrere begaste (13) und in einen oder mehrere unbegaste (14) Räume trennt.



DE 101 20 801 A 1

Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft einen Reaktor für gas/flüssig oder gas/flüssig/fest-Reaktionen sowie seine Verwendung.

[0002] Für mehrphasige Reaktionen ist eine gute Durchmischung der Phasen Voraussetzung für hohe Umsatzgrade. Hierfür werden häufig Rührkessel eingesetzt. Rührkessel sind jedoch nachteilig, da sie bewegte Apparateile erfordern und daß zur Durchführung langsamer Gleichgewichtsreaktionen, die auf einen hohen Endumsatz gebracht werden sollen und bei denen ein Koppelprodukt kontinuierlich als Dampf ausgestrippt wird, ein sehr großes Rührkesselvolumen erforderlich ist. Zur Durchführung derartiger Reaktionen sind Rührkesselskaskaden bekannt, sie haben jedoch den Nachteil, daß entsprechend viele Einzelapparate notwendig sind.

[0003] Es ist auch bekannt, mehrphasige Reaktionen in Reaktivdestillationskolonnen durchzuführen. Hierbei ist jedoch der Flüssigkeitshold-up auf den Böden begrenzt. Insbesondere bei langsam verlaufenden Gleichgewichtsreaktionen müßte der Flüssigkeits hold-up so groß gewählt werden, daß die gasseitigen Druckverluste über die Böden sehr groß werden. Dadurch stellt sich in der Kolonne über mehrere Böden eine große Temperaturspreizung mit sehr unterschiedlichen Reaktionsgeschwindigkeiten ein. Das kann bei empfindlichen Produkten im unteren Abschnitt der Kolonne zu Produktzersetzung oder -schädigung führen, während im oberen Abschnitt die Reaktion wegen zu niedriger Temperatur einschläft.

[0004] Es war demgegenüber Aufgabe der Erfindung, einen Reaktor für gas/flüssig oder gas/flüssig/fest-Reaktionen zur Verfügung zu stellen, der auch bei hohen Verweilzeiten der flüssigen oder flüssig/festen Phase eine weitgehende Annäherung an das thermodynamische gas/flüssig-Gleichgewicht auf Grund einer sehr guten Phasendurchmischung sowie nach erfolgter Durchmischung und Reaktion eine weitgehende Auftrennung von gasförmiger und flüssiger Phase gewährleistet.

[0005] Der Reaktor sollte darüber hinaus mit einem möglichst kleinen Druckverlust für die von unten nach oben strömende Gasphase betrieben werden können.

[0006] Die Lösung geht aus von einem Reaktor für gas/flüssig oder gas/flüssig/fest-Reaktionen mit vertikal ausgerichteter Längsachse, mit Zuführung eines flüssigen oder flüssig/festen Eduktstroms im oberen Bereich des Reaktors und eines gasförmigen Stromes im unteren Bereich des Reaktors.

[0007] Die Erfindung ist gekennzeichnet durch

- mindestens zwei, in Längsrichtung übereinander angeordnete Kammern, wobei
- die Kammern voneinander durch flüssigkeitsdichte Böden getrennt sind,
- jede Kammer durch je einen Flüssigkeitsüberlauf mit der unmittelbar darunterliegenden Kammer verbunden ist und über den Flüssigkeitsüberlauf der untersten Kammer ein flüssiger Produktstrom abgezogen wird,
- der Gasraum oberhalb des Flüssigkeitsspiegels in jeder Kammer mit der jeweils unmittelbar darüber angeordneten Kammer durch ein oder mehrere Leitrohre verbunden ist, das (die) jeweils in einen Gasverteiler mit Öffnungen für den Gasaustritt unterhalb des Flüssigkeitsspiegels mündet,
- sowie mit jeweils mindestens einem um jeden Gasverteiler vertikal angeordneten Leitblech, dessen oberes Ende unterhalb des Flüssigkeitsspiegels und dessen unteres Ende oberhalb des flüssigkeitsdichten Bodens

der Kammer endet und das jede Kammer in einen oder mehrere begaste und in einen oder mehrere unbegaste Räume trennt.

[0008] Es wurde somit ein Apparat gefunden, der ohne bewegte Apparateile, durch eine Air-Lift-Umwälzung der Flüssigkeit, eine ausgezeichnete Phasendurchmischung bei mehrphasigen Reaktionen und eine nahezu konstante Zusammensetzung des Reaktionsgemisches jeweils über das gesamte Volumen in jeder Kammer gewährleistet, das heißt sowohl über deren Querschnitt als auch insbesondere über die Flüssigkeitshöhe, bei gleichzeitig einfacher Auftrennung zwischen flüssiger und gasförmiger Phase nach erfolgter Reaktion. Durch den Gasaustritt aus dem Gasverteiler in den Flüssigkeitsraum zwischen Gasverteiler und dem oder den um den Gasverteiler herum vertikal angeordneten Leitblech oder Leitblechen wird der hydrostatische Druck in diesem Flüssigkeitsraum gegenüber dem nicht begasten Flüssigkeitsraum abgesenkt, wodurch ein Druckgefälle entsteht, das in kinetische Energie umgesetzt wird. Dieses Druckgefälle setzt die Air-Lift-Umwälzung in Form einer Strömung in Gang, die im begasten Raum, das heißt im Raum zwischen dem Gasverteiler und dem oder den um den Gasverteiler herum angeordneten Leitblech (Leitblechen) nach oben gerichtet ist, im Bereich oberhalb des obersten Endes des Leitblechs (der Leitbleche) und unterhalb des Flüssigkeitsspiegels durch das Leitblech (die Leitbleche) umgelenkt wird, den nicht begasten Flüssigkeitsraum außerhalb des Leitblechs (der Leitbleche) von oben nach unten durchströmt und oberhalb des flüssigkeitsdichten Bodens der Kammer und unterhalb des untersten Endes des Leitblechs (der Leitbleche) erneut in eine von unten nach oben gerichtete Strömung umgelenkt wird, wodurch die Schlaufenbewegung geschlossen wird.

[0009] Der erfindungsgemäße Reaktor ist ein Apparat mit vertikal ausgerichteter Längsachse, d. h. ein hochstehender Apparat mit Zuführung eines flüssigen oder flüssig/festen Eduktstroms in seinem oberen Bereich und eines gasförmigen Stromes - Edukt und/oder Inertgas - in seinem unteren Bereich, das heißt mit Gegenstromführung des flüssigen oder flüssig-festen und des gasförmigen Stromes.

[0010] Der Reaktor ist aus mehreren, insbesondere zwischen 2 bis 200 Kammern, besonders bevorzugt mit zwischen 3 bis 50 übereinander angeordneten Kammern aufgebaut.

[0011] Die Geometrie des Reaktors ist häufig zylindrisch, es sind jedoch auch andere Geometrien, insbesondere eine quaderförmige Geometrie möglich.

[0012] Die Kammern sind voneinander durch flüssigkeitsdichte Böden getrennt, wobei jede Kammer durch je einen Flüssigkeitsüberlauf mit der unmittelbar darunter liegenden Kammer verbunden ist. Der Flüssigkeitsüberlauf kann dabei beispielsweise in Form eines Rohres oder eines Schachtes ausgebildet sein und er kann sowohl innerhalb als auch außerhalb des Reaktors angeordnet sein. Insbesondere können die Flüssigkeitsüberläufe zwei aufeinanderfolgender Kammern jeweils an einander gegenüberliegenden Seiten des Reaktors angeordnet sein. Aus der untersten Kammer wird über deren Flüssigkeitsüberlauf ein flüssiger Produktstrom abgezogen.

[0013] Der Gasraum oberhalb des Flüssigkeitsspiegels in jeder Kammer ist mit der jeweils unmittelbar darüber angeordneten Kammer durch ein oder mehrere Leitrohre verbunden, das (die) jeweils in einen Gasverteiler mit Öffnungen für den Gasaustritt unterhalb des Flüssigkeitsspiegels mündet. Bezüglich der Anzahl und Anordnung der Leitrohre gibt es grundsätzlich keine Einschränkungen: es ist gleichermaßen möglich, ein einziges zentrales Leitrohr vorzusehen

oder aber auch mehrere, über den Reaktorquerschnitt verteilt angeordnete Leitrohre. Ebenso ist es möglich, anstelle eines einzigen Gasverteilers pro Kammer mehrere getrennte Gasverteiler, jeweils mit Gaszuführung über ein oder mehrere Leitrohre, vorzusehen. In den Gasverteiler der untersten Kammer des Reaktors wird ein gasförmiger Strom über ein oder mehrere Leitrohre von außerhalb des Reaktors eingeleitet.

[0014] Es ist somit gleichermaßen möglich, einen einzigen Gasverteiler vorzusehen, mit Gaszuführung über ein oder mehrere Leitrohre, sowie auch mehrere miteinander nicht verbundene Gasverteiler, jeweils mit Gaszuführung über ein oder mehrere Leitrohre.

[0015] Bezüglich der vorliegend einsetzbaren Gasverteiler gibt es keine grundsätzlichen Einschränkungen: wesentlich ist, daß der Gasverteiler das ihm über das oder die Leitrohre zugeführte Gas aus dem Gasraum der unmittelbar darunter liegenden Kammer unterhalb des Flüssigkeitsspiegels der Kammer, in der der Gasverteiler angeordnet ist, austreten läßt. Der Gasaustritt soll dabei bevorzugt möglichst gleichförmig erfolgen. Als Gasverteiler kann grundsätzlich jede handelsübliche Begasungseinrichtung eingesetzt werden, beispielsweise Gasverteiler in Form von Rohren, die mit Austrittsöffnungen für das Gas ausgestattet sind und beispielsweise horizontal, das heißt in einer Ebene parallel zum flüssigkeitsdichten Boden der Kammer angeordnet sein können. Es ist auch möglich, ringförmige Gasverteiler vorzusehen. Die Öffnungen für den Gasaustritt müssen sich jedoch stets unterhalb des Flüssigkeitsspiegels in der Kammer befinden, bevorzugt in einem Abstand zum Flüssigkeitsspiegel von mindestens 10% der gesamten Flüssigkeitshöhe in der Kammer, vorzugsweise von mindestens 30%, besonders bevorzugt von mindestens 50%. Es wurde gefunden, daß eine besonders günstige Eintauchtiefe der Öffnungen für den Gasaustritt unter dem Flüssigkeitsspiegel in der Kammer bei mindestens 50 mm liegt.

[0016] In einer bevorzugten Ausführungsvariante ist der Gasverteiler (die Gasverteiler) siphonartig ausgebildet, in Form einer oben geschlossenen Haube mit Öffnungen für den Gasaustritt in deren unterem Teil.

[0017] Die Haube kann, bis auf die Durchtrittsöffnungen für das oder die Leitrohre für die Gaszuführung und die Gasaustrittsöffnungen in ihrem unteren Teil vollständig geschlossen sein.

[0018] Es ist jedoch auch möglich, die Haube in deren unterem Teil offen auszubilden.

[0019] Das obere geschlossene Ende der Haube kann unterhalb des Flüssigkeitsspiegels enden, es kann jedoch auch über den Flüssigkeitsspiegel hinaus, in den Gasraum, reichen.

[0020] Die Haube des siphonartigen Gasverteilers kann grundsätzlich jede geometrische Form haben; es ist beispielsweise möglich, daß sie aus mehreren miteinander verbundenen Teilen besteht, die im Querschnitt bevorzugt kreuzförmig und/oder parallel oder konzentrisch oder radial angeordnet sind.

[0021] Die Öffnungen für den Gasaustritt sind bezüglich Anzahl, Querschnitt und Abstand vom Flüssigkeitsspiegel in der Kammer bevorzugt in der Weise ausgebildet, daß der Druckverlust des gasförmigen Stromes im Gasverteiler im Bereich von 0,1 bis 50 mbar liegt.

[0022] Die Öffnungen für den Gasverteiler sind bevorzugt auf derselben Höhe zueinander angeordnet.

[0023] Sie können grundsätzlich jede beliebige geometrische Form haben, beispielsweise kreisförmig, dreieckig oder schlitzförmig sein.

[0024] Die Mittellinie der Öffnungen liegt dabei bevorzugt in einem Abstand von ca. 1 cm bis 15 cm vom unteren

Ende der Haube. Alternativ ist es auch möglich, anstelle von Öffnungen das untere Ende der Haube mit gezacktem Rand auszubilden. In einer weiteren Alternative ist es möglich, das untere Ende der Haube in Form eines Ringverteilers auszubilden.

[0025] Die Anordnung der Öffnungen auf unterschiedlicher Höhe zueinander kann für einen Betrieb mit zwei oder mehreren Lastbereichen vorteilhaft sein.

[0026] Die Höhe der Öffnungen für den Gasaustritt wird nach Bedarf in Abhängigkeit von der konkreten, im Reaktor durchzuführenden Reaktion so gewählt, daß zum einen genügend Stoffaustauschfläche für die konkrete gas/flüssig oder gas/flüssig/fest-Reaktion angeboten wird und zum anderen genügend Antrieb für die Air-Lift-Umwälzung der Flüssigkeit zur Verfügung gestellt wird.

[0027] Um jeden Gasverteiler ist im erfindungsgemäßen Reaktor mindestens ein vertikales Leitblech angeordnet, dessen oberes Ende unterhalb des Flüssigkeitsspiegels in der Kammer endet, vom Boden der Kammer beabstandet ist und das jede Kammer in einen oder mehrere begaste sowie einen oder mehrere unbegaste Räume trennt.

[0028] Das Leitblech kann in einer bevorzugten Ausführungsform als zylindermantelförmiges Einsteckrohr ausgebildet sein. Gleichfalls möglich ist jedoch auch beispielsweise die Form eines einfachen ebenen Bleches.

[0029] Das mindestens eine Leitblech ist vom Flüssigkeitsspiegel sowie vom Boden der Kammer beabstandet, bevorzugt dergestalt, daß im wesentlichen keine Drosselung der Flüssigkeitsströmung durch das Leitblech erfolgt. Die Abstände des Leitblechs oder der Leitbleche zur Flüssigkeitsoberfläche sowie auch zum Boden der Kammer sind somit bevorzugt in der Weise festzulegen, daß sich die Strömungsgeschwindigkeit der Flüssigkeit bei der Umlenkung durch das Leitblech nicht oder nur geringfügig verändert.

[0030] Bezüglich der Gesamthöhe des Leitblechs gibt es grundsätzlich keine Einschränkungen. Diese kann insbesondere in Abhängigkeit von der gewünschten Verweilzeit pro Kammer, unter gleichzeitiger Berücksichtigung einer ausreichenden Durchmischung, entsprechend dimensioniert werden.

[0031] In einer bevorzugten Ausführungsform kann in einer oder mehreren, bevorzugt in allen Kammern des Reaktors ein Feststoffkatalysator eingebracht sein, insbesondere als Feststoffschüttung oder in Form von mit Katalysator beschichteten geordneten Packungen, beispielsweise Monolithen.

[0032] Weiter bevorzugt kann in einer oder mehreren, bevorzugt in allen Kammern ein Ionenaustauscherharz eingebracht sein.

[0033] Der erfindungsgemäße Reaktor hat somit den Vorteil, daß er für gas/flüssig- oder gas/flüssig/fest-Reaktionen eine sehr gute Phasendurchmischung und somit einen hohen Umsatzgrad sowie nach erfolgter Durchmischung und Reaktion eine weitgehende Auftrennung von gasförmiger und flüssiger Phase gewährleistet. Da es für den Antrieb der Air-Lift-Umwälzung lediglich erforderlich ist, daß der Gasaustritt aus dem Gasverteiler unterhalb des Flüssigkeitsspiegels in der Kammer erfolgt, wobei der Abstand des Gasaustritts zum Flüssigkeitsspiegel grundsätzlich in sehr weiten Grenzen variieren kann, wird mit dem erfindungsgemäßen Reaktor ein Apparat zur Verfügung gestellt, bei dem Flüssigkeitsverweilzeit und Gasdruckverlust weitgehend entkoppelt sind.

[0034] Er ist besonders vorteilhaft zur Durchführung von langsamen Gleichgewichtsreaktionen, die auf einen hohen Umsatzgrad gebracht werden sollen, häufig von 90 bis 99,9%. Darüber hinaus kann mit dem erfindungsgemäßen Reaktor ein sehr breiter Bereich für den Flüssigkeitshold-up

pro Boden und somit ein sehr breiter Verweilzeitbereich, von einigen Minuten bis zu mehreren Stunden, eingestellt werden.

[0035] Der Reaktor ist besonders geeignet zur Durchführung von gas/flüssig oder gas/flüssig/fest-Reaktionen, bei denen nicht ausschließlich die Stoffaustauschfläche den geschwindigkeitsbegrenzenden Schritt darstellt. Er ist weiter geeignet für kontinuierliche Reaktionen mit Reaktionsordnung von 1 oder größer, die auf einen hohen Umsatzgrad gebracht werden sollen, beispielsweise die Umsetzung von Propylenoxid mit Kohlendioxid zu Propylencarbonat sowie für Hydrierungen, beispielsweise für Farbzahhydrierungen.

[0036] Der erfindungsgemäße Reaktor ist ganz besonders geeignet zur Durchführung von Gleichgewichtsreaktionen, die auf einen hohen Umsatzgrad gebracht werden sollen, und bei denen ein Koppelprodukt als Dampf kontinuierlich mit Inertgas oder mit einem der Reaktanten aus dem Reaktionsgemisch entfernt wird, um das Reaktionsgleichgewicht in der gewünschten Richtung zu verschieben. Beispiele hierfür sind Veresterungen, wie die Veresterung von Phthalsäure oder Phthalsäureanhydrid mit Alkoholen zu Phthalsäureestern, die vorzugsweise als Weichmacher Verwendung finden oder die Veresterung von Adipinsäure oder Acrylsäure mit Alkoholen zu deren Estern. Kennzeichnend für alle diese Reaktionen ist, daß das gebildete Wasser zwecks Verschiebung des Reaktionsgleichgewichtes kontinuierlich mit Inertgas oder bevorzugt mit Alkoholdampf im Gegenstrom aus dem Reaktionsgemisch entfernt wird. Weitere Beispiele sind Umesterungsreaktionen, insbesondere die Umesterung von Polytetrahydrofuran mit endständigen Acylgruppen in Gegenwart von niederen Alkoholen, bevorzugt von Methanol zu Polytetrahydrofuran mit endständigen Hydroxylgruppen.

[0037] Die Erfindung wird im folgenden anhand einer Figur sowie eines Ausführungsbeispiels näher erläutert:

[0038] Es zeigen im einzelnen:

[0039] Fig. 1 einen Längsschnitt durch eine erste Ausführungsform einer Kammer eines erfindungsgemäßen Reaktors, mit Querschnitt in Fig. 1a und

[0040] Fig. 2 einen Längsschnitt durch eine Kammer einer zweiten Ausführungsform eines erfindungsgemäßen Reaktors, mit Querschnitt in Fig. 2a

[0041] Fig. 1 zeigt beispielhaft eine von mehreren, in Längsrichtung übereinander angeordneten Kammern 4 eines Reaktors 1 mit Zuführung 2 eines flüssigen oder flüssig/festen Eduktstroms im oberen Bereich und eines gasförmigen Stromes 3 im unteren Bereich des Reaktors 1, mit jeweils einem Boden 5 pro Kammer 4, Flüssigkeitsüberläufen 6, die beispielhaft innenliegend im Reaktor 1 dargestellt sind, mit jeweils einem Gasraum 7 oberhalb des Flüssigkeitsspiegels in jeder Kammer 4, der beispielhaft durch ein Leitrohr 8 mit der jeweils darüber liegenden Kammer 4 verbunden ist und in einen siphonartigen Gasverteiler 9 in Form einer oben geschlossenen Haube 10 mündet, mit Öffnungen 11 für den Gasaustritt in deren unterem Teil. Um den siphonartigen Gasverteiler 9 sind Leitbleche 12 angeordnet, die jeweils vom Flüssigkeitsspiegel und vom Boden der Kammer 4 beabstandet sind und die die Kammer 4 in mehrere begaste Räume 13 sowie mehrere unbegaste Räume 14 trennt.

[0042] In der Querschnittsdarstellung in Fig. 1a ist die Form der Haube 10 des Gasverteilers 9 verdeutlicht, vorliegend beispielhaft als aus kreuzförmig und parallel angeordneten Teilen ausgebildet.

[0043] In der Längsschnittsdarstellung einer weiteren beispielhaften Ausführungsform in Fig. 2 bezeichnen gleiche Bezugsziffern gleiche Merkmale wie in Fig. 1.

[0044] Die Querschnittsdarstellung in Fig. 2a verdeutlicht die beispielhaft radiale Anordnung der Teile der Haube 10

des siphonartigen Gasverteilers 9.

Beispiel

[0045] Drei Gew.-Teile Polytetrahydrofurandiacetat mit einem gewichtsmittleren Molekulargewicht von 1880 wurden schmelzflüssig mit 2 Gew.-Teilen Methanol in einer Mischstrecke gemischt und auf 65°C erwärmt. 300 Gew.-ppm einer methanolischen Natriummethylatlösung wurden als Katalysator zugegeben und das Gemisch in die oberste Kammer eines erfindungsgemäßen Reaktor mit 10 Kammern geleitet und zur Reaktion gebracht. Im Gegenstrom wurde in die unterste Kammer ein Methanoldampfstrom von 0,3 kg pro kg eingesetztem Polytetrahydrofurandiacetat zum Strippen des Koppelprodukts Methylacetat eingeleitet. Hierbei wurde in der obersten Kammer bereits ein Umsatz von ca. 96% erreicht.

[0046] Die weitere Abreicherung des Methylacetats aus der Reaktionslösung bei damit verbundene Weiterreaktion der Umesterung, erfolgte in den darunter liegenden Kammern des erfindungsgemäßen Reaktors. Dabei wurde der flüssige Reaktionsaustrag aus jeder Kammer über Flüssigkeitsüberläufe in die jeweils nächstfolgende darunter liegende Kammer geleitet, bei mittleren Verweilzeiten von 14 min in jeder Kammer.

[0047] Das Methylacetat wurde in der untersten Kammer bis auf Restgehalte von < als 0,1 Gew.-% aus der Reaktionslösung entfernt.

[0048] Der im Gegenstrom zur Reaktionsflüssigkeit aufsteigende Methanoldampf reicherte sich von Kammer zu Kammer immer weiter mit Methylacetat an, während in der Flüssigphase die Methylacetatgehalte in den Kammern von oben nach unten entsprechend abnahmen. Durch die Verringerung der Methylacetatgehalte bei einer Verweilzeit von 15 min pro Kammer wurde ein Umsatzgrad des eingesetzten Polytetrahydrofurandiacetats in der letzten, untersten, Kammer von 99,9% erreicht.

[0049] Die Flüssigkeitshöhe pro Kammer betrug jeweils 25 cm. In jeder Kammer war ein Gasverteiler angeordnet, mit Öffnungen für den Gasaustritt in einem Abstand von 10 cm unterhalb des Flüssigkeitsspiegels. Aufgrund dieser geringen hydrostatischen Druckdifferenz ergab sich lediglich eine geringe Temperaturspreizung, von ca. 65 bis ca. 68°C über die Höhe des flüssigen, sich im Siedezustand befindenden Reaktionsgemisches in jeder Kammer. Dies hatte zur Folge, daß keine farbgebenden Komponenten und somit eine ausgezeichnete Produktqualität erhalten wurde.

[0050] Die Gasverteiler befanden sich jeweils innerhalb eines Einsteckrohrs, das von der Flüssigkeitsoberfläche sowie vom Boden der Kammer beabstandet war und daß die Kammer in einen begasten und einen nicht begasten Raum mit einem Querschnittsflächenverhältnis von 60 : 40 unterteilte. Durch die gute Durchmischung in den Kammern erreichte die Anreicherung des Methylacetats im Methanoldampf ca. 85 bis 95% des Dampf-Flüssigkeits-Gleichgewichtes.

Vergleichsbeispiel

[0051] Zum Vergleich wurde dieselbe Umesterungsreaktion in einer vierstufigen Rührkesselskaskade durchgeführt. Hierfür wurde gegenüber der Gesamtverweilzeit von 2,5 h für das Verfahren im erfindungsgemäßen Reaktor eine mittlere Verweilzeit von etwa 8 h benötigt. Zum Strippen des Koppelprodukts Methylacetat war eine Methanoldampfmenge von 0,8 bis 0,9 kg pro kg eingesetztem Polytetrahydrofurandiacetat erforderlich, das heißt etwa das Dreifache der für das Verfahren im erfindungsgemäßen Reaktor erforder-

derlichen Methanoldampfmenge.

Patentansprüche

1. Reaktor (1) für gas/flüssig oder gas/flüssig/fest-Reaktionen mit vertikal ausgerichteter Längsachse, mit Zuführung (2) eines flüssigen oder flüssig/festen Eduktstroms im oberen Bereich des Reaktors und eines gasförmigen Stromes (3) im unteren Bereich des Reaktors (1), **gekennzeichnet durch**
 - mindestens zwei, in Längsrichtung übereinander angeordnete Kammern (4), wobei
 - die Kammern (4) voneinander durch flüssigkeitsdichte Böden (5) getrennt sind,
 - jede Kammer (4) durch je einen Flüssigkeitsüberlauf (6) mit der unmittelbar darunterliegenden Kammer (4) verbunden ist und über den Flüssigkeitsüberlauf (6) der untersten Kammer (4) ein flüssiger Produktstrom abgezogen wird,
 - der Gasraum (7) oberhalb des Flüssigkeitsspiegels in jeder Kammer (4) mit der jeweils unmittelbar darüber angeordneten Kammer (4) durch ein oder mehrere Leitrohre (8) verbunden ist, das (die) jeweils in einen Gasverteiler (9) mit Öffnungen (11) für den Gasaustritt unterhalb des Flüssigkeitsspiegels mündet,
 - sowie mit jeweils mindestens einem um jeden Gasverteiler (9) vertikal angeordneten Leitblech (12), dessen oberes Ende unterhalb des Flüssigkeitsspiegels und dessen unteres Ende oberhalb des flüssigkeitsdichten Bodens (5) der Kammer (4) endet und das jede Kammer (4) in einen oder mehrere begaste (13) und in einen oder mehrere unbegaste (14) Räume trennt.
2. Reaktor (1) nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Gasverteiler (9) syphonartig in Form einer oben geschlossenen Haube (10), ausgebildet ist.
3. Reaktor (1) nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Haube des syphonartigen Gasvertailers in ihrem unteren Teil offen ist.
4. Reaktor nach Anspruch 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Haube(n) (10) des (der) syphonartigen Gasverteiler(s) (9) aus zwei oder mehreren miteinander verbundenen Teilen gebildet ist (sind), die im Querschnitt kreuzförmig und/oder parallel oder konzentrisch oder radial angeordnet sind.
5. Reaktor (1) nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß man die Anzahl und Größe der Öffnungen (11) für den Gasaustritt sowie deren Abstand vom Flüssigkeitsspiegel in der Kammer (4) in der Weise festlegt, daß der Druckverlust des gasförmigen Stromes im Gasverteiler (9) im Bereich von 0,5 bis 10 mbar liegt.
6. Reaktor (1) nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Öffnungen (11) für den Gasaustritt auf jeweils gleicher Höhe zueinander angeordnet sind.
7. Reaktor (1) nach einem der Ansprüche 2 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß die Öffnungen (11) für den Gasaustritt im unteren Teil der Haube(n) (10) in einem Abstand von 1 bis 15 cm vom unteren Ende der Haube(n) (10) angeordnet sind.
8. Reaktor (1) nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß das (die) Leitblech(e) jeweils derart zur Flüssigkeitsoberfläche sowie zum Boden der Kammer (4) beabstandet ist (sind), daß im wesentlichen keine Drosselung der Flüssigkeitsströmung durch das (die) Leitblech(e) (12) erfolgt.
9. Reaktor (1) nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß das jeweils mindestens eine

um jeden Gasverteiler (9) vertikal angeordnete Leitblech (12) in Form eines Einsteckrohrs ausgebildet ist.

10. Reaktor (1) nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß das (die) Leitblech(e) und der (die) Gasverteiler (9) dergestalt angeordnet sind, daß die unbegaste Querschnittsfläche im Bereich von 10 bis 80%, bevorzugt von 40 bis 60 %, besonders bevorzugt bei 50% der Summe von begaster und unbegaster Querschnittsfläche beträgt.

11. Reaktor (1) nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß in einer oder mehreren, bevorzugt in allen Kammern (4) des Reaktors (1) ein Feststoffkatalysator eingebracht ist, insbesondere als Feststoffschüttung oder in Form einer mit Katalysator beschichteten geordneten Packung, beispielsweise eines Monolithen.

12. Reaktor (1) nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß in einer oder mehreren, bevorzugt in allen Kammern (4) ein Ionenaustauscherharz eingebracht ist.

13. Verwendung eines Reaktors (1) nach einem der Ansprüche 1 bis 12 zur Durchführung von Gleichgewichtsreaktionen, insbesondere zur Umesterung von Acyloxyendgruppen enthaltendem Polytetrahydrofuran.

14. Verwendung nach Anspruch 13, gekennzeichnet durch einen vorgeschalteten einphasig betriebenen Reaktor.

Hierzu 2 Seite(n) Zeichnungen

FIG.1

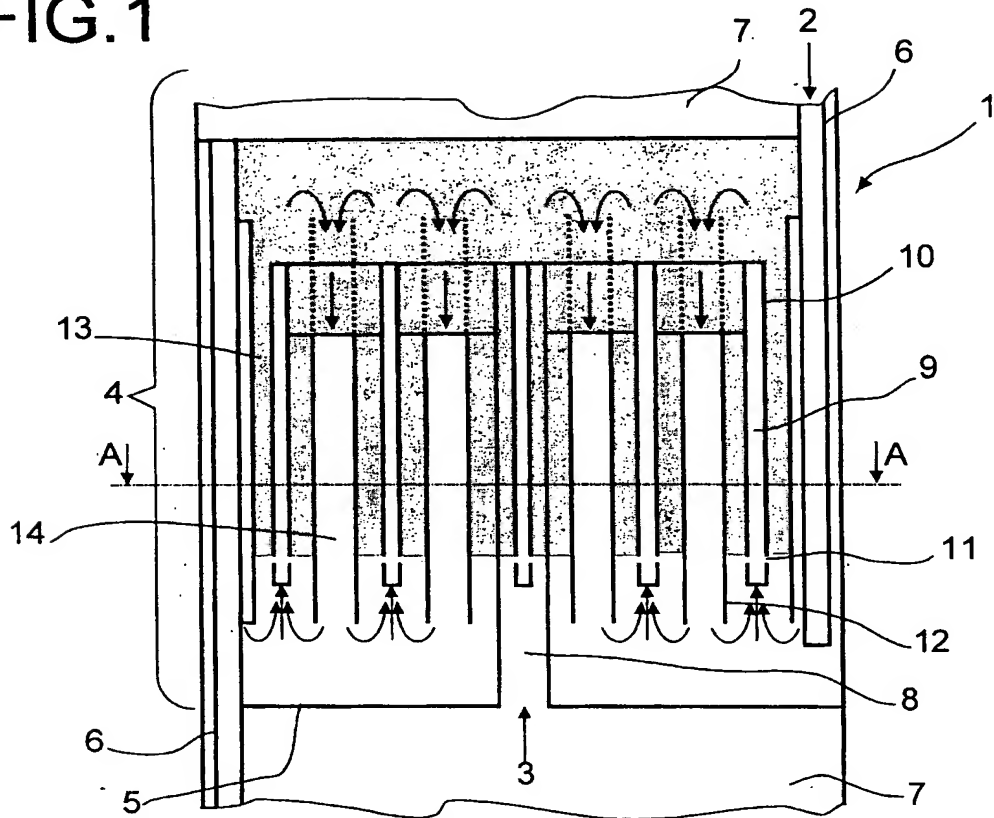


FIG.1A

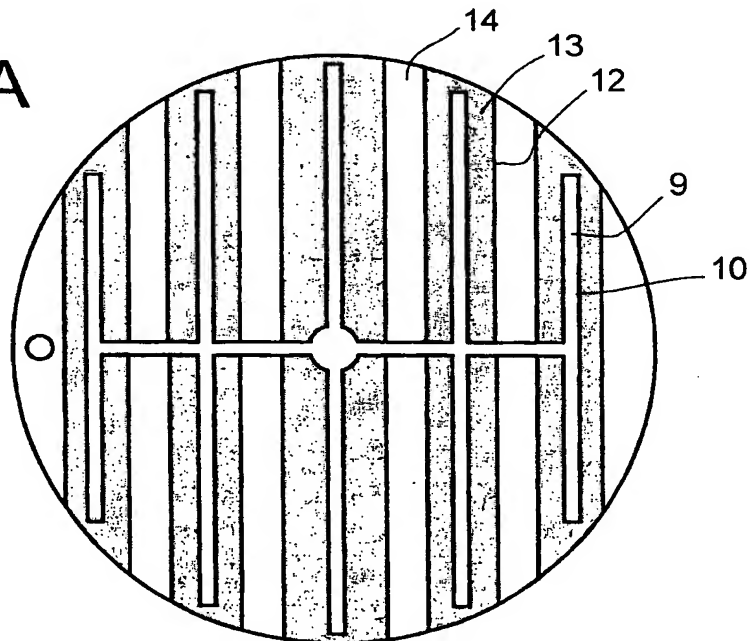


FIG.2

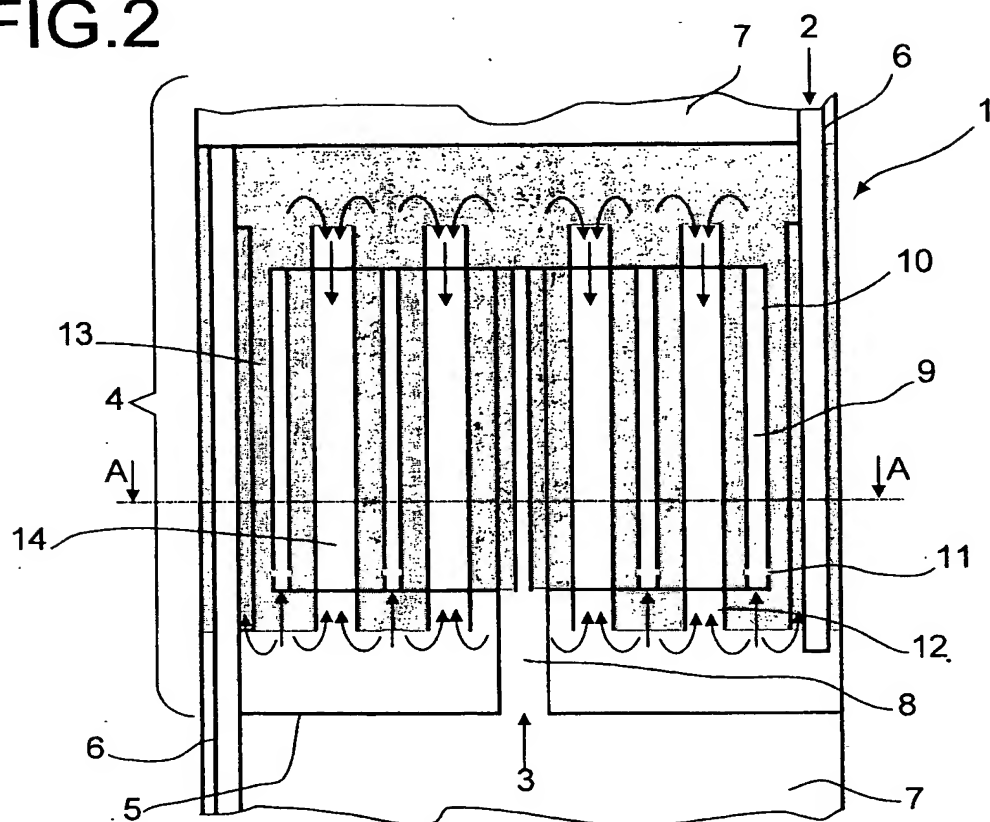


FIG.2A

